

KARAKTERISASI ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) TIMBAL (II) TIPE KAWAT TERLAPIS BERBASIS *S-METHYL N-(METHYLCARBAMOYLOXY) THIOACETIMIDATE*

Silzha Eka Prasetya Irawan, Qonitah Fardiyah*, Atikah

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835
Email: fardiyah@ub.ac.id

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*. ESI timbal (II) yang telah dibuat merupakan tipe kawat terlapis yang menggunakan kawat platina (Pt) sebagai konduktor elektronik. Membran yang terlapis pada kawat mempunyai komposisi *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* sebagai bahan aktif, polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai pemlastis dengan perbandingan 17 : 17 : 66 (% $^{b}/_b$) yang dilarutkan dalam pelarut tetrahidrofuran (THF) dengan perbandingan 1 : 1,5 ($^{b}/_v$). Karakterisasi dasar ESI timbal (II) tipe kawat terlapis yang dipelajari meliputi harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* yang telah dibuat cukup *Nernstian* dengan harga faktor Nernst 29,2 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi linier $10^{-1} - 10^{-5}$ M, batas deteksi $1,185 \times 10^{-5}$ M atau setara dengan 2,453 ppm timbal, waktu respon 60 detik dan usia pemakaian selama 73 hari.

Kata kunci : Faktor Nernst, rentang konsentrasi, limit deteksi, waktu respon, usia pemakaian

ABSTRACT

Characterization of coated wire lead (II) Ion Selective Electrode (ISE) based on *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* have been investigated. ISE lead (II) which have been made is the type of coated wire that platinum wire (Pt) as an electronic conductor. Membrane coated on the wire has a composition *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* as the active ingredient, polyvinylchloride (PVC) as the polymer matrix and dioktilftalat (DOP) as a plasticizer with a ratio 17 : 17 : 66 (% $^{w}/_w$) which dissolved in the tetrahydrofuran (THF) with a ratio of 1 : 1.5 ($^{w}/_v$). Basic characterization of ISE lead (II) coated wire were studied include the Nernst factor, linear concentration range, detection limit, respon time and life time. The results showed that coated wire lead (II) Ion Selective Electrode (ISE) based on *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* showed *Nernstian* were character with Nernst factor of 29.2 mV/decade concentration, linear concentration range of $10^{-1} - 10^{-5}$ M, the detection limit of 1.185×10^{-5} M (2.453 ppm lead), response time of 60 seconds and life time for 73 days.

Keywords : Nernst factor, concentration range, detection limit, response time, life time

PENDAHULUAN

Timbal banyak digunakan sebagai campuran dalam pigmen cat, solder, baterai, pipa air, perisai radiasi, amunisi dan campuran bensin aditif. Namun timbal merupakan salah satu polutan lingkungan beracun yang dapat terakumulasi dalam tanaman atau hewan dan menimbulkan resiko berat bagi kesehatan manusia [1]. Keracunan timbal dapat menyebabkan

kerusakan pada otak, tulang, ginjal, hati, sistem saraf pusat, sistem kardiovaskuler, sistem kekebalan tubuh atau bahkan kematian. Sementara, keracunan timbal ringan menyebabkan kelahiran prematur, anemia dan sakit kepala. Selain itu, timbal dalam tubuh dapat terikat dalam gugus -SH dalam molekul protein yang dapat menyebabkan penghambatan pada aktivitas kerja sistem enzim [2].

Metode penentuan timbal secara kuantitatif dapat dilakukan dengan metode spektrofotometri serapan atom [3], spektrofotometri massa plasma induktif [4], spektrofotometri impedansi elektrokimia [5], voltametri [6] dan polarografi [7]. Namun, metode-metode tersebut memiliki beberapa kelemahan diantaranya membutuhkan preparasi yang cukup rumit dan tidak dapat digunakan untuk analisa secara langsung di lapangan. Untuk mengatasi hal ini, dapat digunakan metode potensiometri berupa Elektroda Selektif Ion (ESI) yang umum digunakan karena kesederhanaannya, sensitivitas dan selektivitas yang tinggi [8].

ESI adalah suatu sensor elektrokimia yang secara selektif mampu mengukur aktivitas spesies ion tertentu. ESI merupakan suatu elektroda kerja yang mampu mengukur secara selektif terhadap ion tertentu. Potensial yang terukur akan berubah secara reversibel terhadap kereaktifan dari ion yang ditentukan [9]. Metode ESI memiliki kelebihan yaitu mempunyai selektivitas dan sensitivitas yang tinggi sehingga pada umumnya tidak memerlukan proses pemisahan terlebih dahulu. Selain itu, ESI dalam pelaksanaan analisisnya cepat, mudah dan peralatan yang cukup sederhana sehingga cocok untuk analisis di lapangan.

Penelitian yang dilakukan oleh Gupta [10], menggunakan bahan aktif *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimide* pada penentuan Fe(III) menunjukkan harga faktor Nernst 21,2 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi $9,1 \times 10^{-6}$ - 1×10^{-1} M, waktu respon 20 detik dan usia pemakaian selama 2 bulan. Mengacu dari penelitian tersebut yang memiliki nilai rentang konsentrasi yang lebih luas dan waktu respon lebih cepat serta usia pemakaian yang lebih lama, maka dalam penelitian ini digunakan *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimide* sebagai bahan aktif membran.

Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan ESI timbal (II) dengan *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimide* sebagai bahan aktif dalam membran elektroda yang dapat digunakan untuk menganalisis adanya kandungan timbal. ESI tersebut mempunyai bahan pendukung membran meliputi polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai pemlastis dalam pelarut tetrahidrofur (THF). Namun, ESI

timbal (II) ini belum bisa digunakan karena belum diketahui kinerjanya. Maka dalam penelitian ini dilakukan karakterisasi terhadap kinerja elektroda selektif ion (ESI) timbal (II) yang meliputi harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian.

METODA PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* hasil isolasi insektisida DuPont™ Lannate® 40 SP, dioktilftalat (DOP) (Sigma), polivinilklorida (PVC) (Sigma), tetrahydrofuran (THF), batang plastik polietilen, kawat platina (Pt), kabel NYAF, jek banana, padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ p.a (E.merck) dan akuades. Peralatan yang digunakan antara lain potensiometer (pH meter) Schott Gerate model CG820, elektroda pembanding Ag/AgCl, neraca analitik merek Adventurer model AR2130, oven Memmert U30, pengaduk magnet, motor *rotary*, botol semprot, botol sampel dan seperangkat peralatan gelas.

Prosedur

Pembuatan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*

Pembuatan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis dilakukan dengan cara mencampurkan bahan penyusun membran yang terdiri dari *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*, PVC dan DOP dalam pelarut THF. Campuran membran dilapiskan pada kawat platina (Pt) kemudian dikeringkan dalam udara terbuka selama 30 menit dan dilanjutkan pemanasan pada suhu 50 °C selama 12 jam.

Karakterisasi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*

Penentuan harga faktor Nernst dilakukan dengan cara mengukur potensial ESI timbal (II) pada variasi konsentrasi larutan uji menggunakan elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Data hasil pengukuran yang diperoleh dibuat kurva hubungan antara potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log$ konsentrasi timbal sehingga diperoleh harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier dan batas deteksi. Penentuan waktu respon dilakukan dengan cara mengukur larutan uji pada selang waktu 10 detik selama tiga menit. Penentuan usia

pemakaian dilakukan untuk menentukan berapa lama ESI timbal (II) dapat digunakan yang ditunjukkan dari harga faktor Nernst yang diperoleh persatuan waktu (hari).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimide*

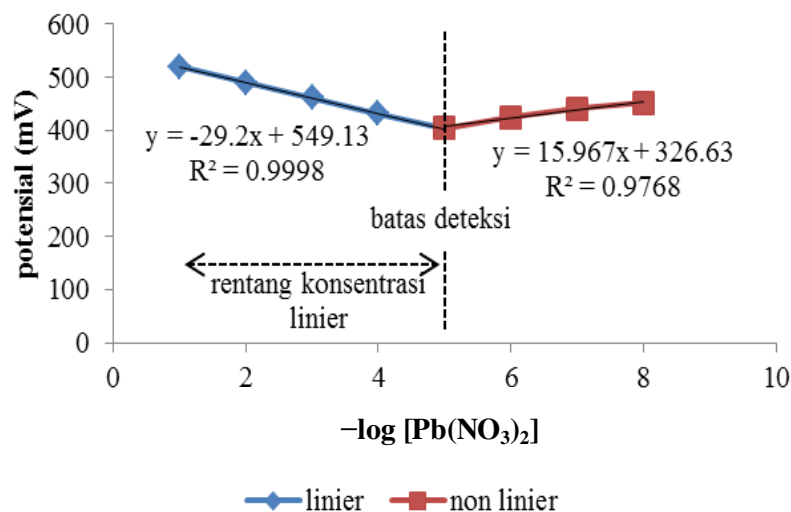
Komposisi membran ESI timbal (II) tipe kawat terlapis terdiri dari *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimide* sebagai bahan aktif, polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai pemlastis dengan perbandingan 17 : 17 : 66 (% b/b). Ketiga komponen dilarutkan dengan pelarut tetrahidrofuran (THF) dengan perbandingan 1 : 1,5 (^b/_v) kemudian diaduk selama tiga jam agar terbentuk suatu membran cair yang akan dilapiskan pada kawat platina (Pt). Kawat tersebut kemudian dirangkai seperti pada Gambar 1 kemudian dihubungkan dengan potensiometer sebagai elektroda kerja yang secara selektif mendeteksi adanya ion timbal.



Gambar 1. Konstruksi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimide*

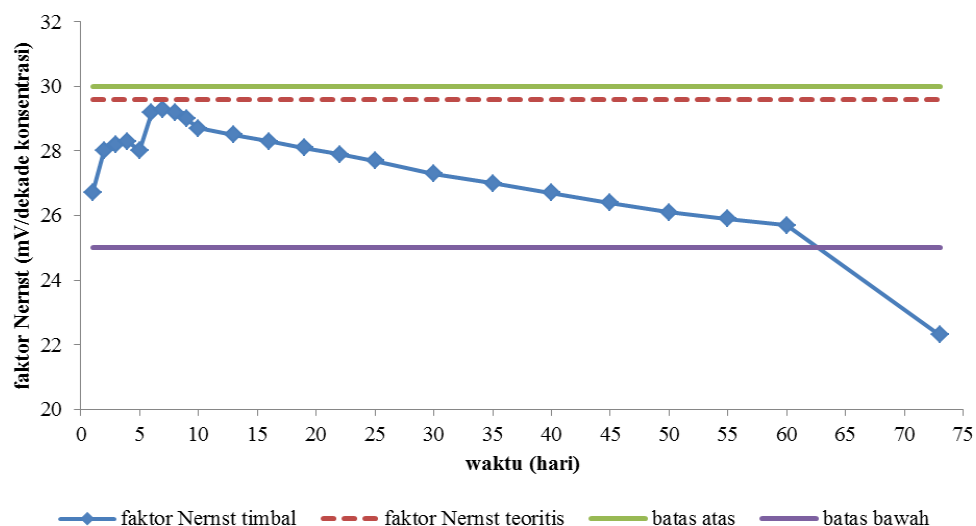
Karakterisasi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimide*

Karakterisasi ESI timbal (II) dilakukan untuk mengetahui kinerja dari ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimide*. Karakterisasi ESI timbal (II) yang diperoleh adalah harga faktor Nernst 29,2 mV/dekade konsentrasi dengan rentang konsentrasi linier $10^{-1} - 10^{-5}$ M.



Gambar 2. Kurva hubungan antara potensial (mV) terhadap $-\log [\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$

Batas deteksi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis yang telah dibuat adalah $1,185 \times 10^{-5}$ M atau setara dengan 2,453 ppm timbal. Waktu respon yang dihasilkan sebesar 60 detik. Waktu respon dipengaruhi oleh konsentrasi larutan yang diukur yaitu semakin tinggi konsentrasi larutan maka semakin cepat waktu responnya. Hal ini terjadi karena saat dilakukan pengukuran akan terjadi proses pertukaran ion timbal dalam larutan analit ke lapisan antar muka membran dan begitu juga sebaliknya.



Gambar 3. Kurva hubungan antara harga faktor Nernst terhadap waktu (hari)

Penentuan usia pemakaian dilakukan untuk menentukan berapa lama ESI timbal (II) dapat digunakan yang ditunjukkan dari harga faktor Nernst yang diperoleh persatuan waktu (hari). Berdasarkan Gambar 3 ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* masih tidak menyimpang terlalu jauh dari harga faktor

Nernst teoritis (29,6 mV/dekade konsentrasi) dan masih berada dalam harga faktor Nernst yang diperbolehkan (25-30 mV/dekade konsentrasi) hingga pengukuran pada hari ke 60. Pada pengukuran hari ke 73 menunjukkan harga faktor Nernst mulai turun dari harga faktor Nernst yang diperbolehkan, namun ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxy) thioacetimidate* masih dapat digunakan karena koefisien regresi (R^2) masih mendekati 1. Hal ini menunjukkan bahwa masih terdapat hubungan secara linier antara potensial yang dihasilkan dengan konsentrasi timbal.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa elektroda selektif ion (ESI) timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxy) thioacetimidate* memiliki karakteristik dengan harga faktor Nernst 29,2 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi linier $10^{-1} - 10^{-5}$ M, batas deteksi $1,185 \times 10^{-5}$ M atau setara dengan 2,453 ppm timbal, waktu respon 60 detik dan usia pemakaian selama 73 hari.

DAFTAR PUSTAKA

1. J. Liew, R.A. Goyer, M.P. Waalkes, 2008, **Toxic Effect of Metals**, C.D. Klaassen, *Casarett and Doull's Toxicology: The Basic Science of Poisons*, The Mc Graw-Hill Companies Inc, New York.
2. R.R. Dietert, J.E. Lee, I. Hussain, M. Piepenbrink, 2004, **Developmental Immunotoxicology of Lead**, *Toxicology and Applied Pharmacology*, 198, 86-94.
3. D.I. Bannon, J.J. Chisolm, 2001, **Anodic Stripping Voltammetry Compared with Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry for Blood Lead Analysis**, *Clinical Chemistry*, 47, 1703-1704.
4. S. Manea, R. Luca, M. Prodana, 2008, **Application of Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry to Investigate the Presence of Trace Metals in Human Tooth**, *European Cells and Materials*, 16, 10.
5. B.Y. Chang, S.M. Park, 2010, **Electrochemical Impedance Spectroscopy**, *Annual Review of Analytical Chemistry*, 3, 207-229.
6. G. Liu, Y. Lin, Y. Tu, Z. Ren, 2005, **Ultrasensitive Voltammetric Detection of Trace Heavy Metal Ions Using Carbon Nanotube Nanoelectrode Array**, *Analyst*, 130, 1098-1101.

7. S. Koçak, Ö. Tokuşoğlu, Ş. Aycan, 2005, **Some Heavy and Trace Essential Detection in Canned Vegetable Foodstuffs by Differential Pulse Polarography (DPP)**, *Electronic Journal of Environmental Agriculture and Food Chemistry*, 4, 871-878.
8. R.D. Johnson, L.G. Bachas, 2003, **Ionophore-based Ion-selective Potentiometric and Optical Sensors**, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 376, 328-341.
9. Fardiyah Q., 2003, **Aplikasi Elektroda Selektif Ion Nitrat Tipe Kawat Terlapis untuk Penentuan Secara Tak Langsung Gas NO**, *Tesis Pasca Sarjana*, FMIPA, ITB, Bandung.
10. V.K. Gupta, B. Sethi, N. Upadhyay, S. Kumar, R. Singh, 2011, **Iron (III) Selective Electrode Based on S-Methyl N-(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate as a Sensing Material**, *International Journal of Electrochemical Science*, 6, 650-663.